



1/1

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2005-068576

(43)Date of publication of

17.03.2005

application:

(51)Int.Cl.

D01F 6/92

C08K 3/00

C08K 5/00

C08K 5/49

C08L 67/02

//(C08L 67/02 C08L101:04

C08L101:00

(21)Application

2003-297895

(71)

KANEKA CORP

)

number:

Applicant:

(22)Date of filing:

21.08.2003

(72)Inventor:

MASUDA TOSHIYUKI

SHINBAYASHI HIROYUKI

(54) FIBER FOR FLAME-RETARDANT POLYESTER-BASED ARTIFICIAL HAIR

THIS PAGE BLANK (USPTO)

# (57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a fiber for a polyester-based artificial hair, which keeps the heat resistance and fiber physical properties such as strength, elongation, etc., of an ordinary polyester fiber, has excellent flame retardance, setting property and combing property and controlled gloss of fiber and an artificial hair using the same.

SOLUTION: The fiber for a flame-retardant polyester-based artificial hair having solved the problem is obtained by subjecting a composition prepared by melting and kneading a polyester with a phosphorus-containing flame retardant and/or a bromine-containing flame retardant and an additive composed of one or more of a compatibilizer, a lubricant and a bleed-preventing agent or a composition prepared by melting and kneading a copolymer copolymerized from a polyester component and a phosphorus-containing flame retardant and an additive composed of one or more of a compatibilizer, a lubricant and a bleed-preventing agent to melt spinning.

# LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]



# (19) 日本国特許庁(JP)

# (12) 公 開 特 許 公 報(A)

(11)特許出願公開番号

特開2005-68576 (P2005-68576A)

(43) 公開日 平成17年3月17日(2005.3.17)

7								
(51) Int.C1.7	Fı				テーマ	アコート	: (参考	<b>f</b> )
DO1F 6/92	DO1F	6/92 3	04 J		4 J C	002		
CO8K 3/00	DO1F	6/92 3	07M		4 L C	35		
CO8K 5/00	C08K	3/00						
CO8K 5/49	CO8K	5/00						
CO8L 67/02	C08K							
		請求 請求項	の数 15 (	ΟL	(全 27	頁)	最終頁	に続く
(21) 出願番号 (22) 出願日	特願2003-297895 (P2003-297895) 平成15年8月21日 (2003.8.21)	(71) 出願人 (72) 発明者 (72) 発明者 Fターム (参		カホカ北 米 市 市 市 市 市 市 市 BB21Y CF061 EW016 EW146 FD208 DD14	田町塩 飼西5 BC11X CF071 EW046 FD13X FD209	市2 O - 2 - BG08X CF151 EW066 FD136 GK01 FF04	- 1 2 2 3 CD19Y CG03X EW126 FD137	CF051 EJ057 EW136

(54) 【発明の名称】難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維

# (57)【要約】

【課題】 通常のポリエステル繊維の耐熱性、強伸度など繊維物性を維持し、難燃性、セット性、くし通りに優れ、繊維の艷がコントロールされたポリエステル系人工毛髪用繊維およびそれを用いた人工毛髪を提供する。

【解決手段】 ボリエステルにリン含有難燃剤および/または臭素含有難燃剤と相溶化剤、滑剤およびブリード防止剤の1種以上からなる添加剤を溶融混練して得られる組成物、または、ポリエステルとリン含有難燃剤を共重合させた共重合体と相溶化剤、滑剤およびブリード防止剤の1種以上からなる添加剤を溶融混練して得られる組成物を溶融紡糸することにより、上記課題を解決した難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維が得られる。

【選択図】 なし

# 【特許請求の範囲】

# 【請求項1】

ポリアルキレンテレフタレートまたはポリアルキレンテレフタレートを主体とした共重合ポリエステルの1種以上からなるポリエステル(A)100重量部に対し、リン含有難燃剤および/または臭素含有難燃剤(B)3~30重量部、および、相溶化剤、滑剤およびブリード防止剤の1種以上からなる添加剤(C)0.1~20重量部を溶融混練して得られる組成物から形成された難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

# 【請求項2】

(A)成分と共重合可能な(B)成分である反応型リン系難燃剤2~10重量部を共重合させた共重合体(D)100重量部に対し、相溶化剤、滑剤およびブリード防止剤の1種以上からなる添加剤(C)0.1~20重量部を溶融混練して得られる組成物から形成された難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

### 【請求項3】

(A) 成分が、ポリエチレンテレフタレート、ポリプロピレンテレフタレートおよびポリブチレンテレフタレートよりなる群から選ばれた少なくとも1種のポリマーである請求項1または2記載の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

### 【請求項4】

(B) 成分が、ホスフェート系化合物、ホスホネート系化合物、ホスフィネート系化合物、ホスフィンオキサイド系化合物、ホスファイト化合物、ホスホナイト系化合物、ホスフィナイト系化合物、ホスフィン系化合物および縮合リン酸エステル化合物よりなる群から選ばれた少なくとも1種の化合物である請求項1および3、または請求項2および3に記載の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

### 【請求項5】

(B)成分が、一般式(1):

# 【化1】

$$\begin{array}{c}
0 \\
R^{1}O - P \\
R^{1}O
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
0 \\
0 \\
R^{2}-O - P \\
R^{1}O
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
0 \\
0 \\
0 \\
R^{2}-O - P - OR^{1} \\
0 \\
0 \\
0
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
1 \\
0 \\
0 \\
0 \\
1
\end{array}$$

(式中、 $R^1$ は1価の芳香族炭化水素基または脂肪族炭化水素基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なっていてもよい。 $R^2$ は2価の芳香族炭化水素基であり、2個以上含まれる場合、それらは同一であってもよく異なっていてもよい。nは $0\sim15$ を示す。)

で表わされる縮合リン酸エステル化合物である請求項1および3に記載の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

# 【請求項6】

(A)成分と共重合可能な(B)成分である反応型リン系難燃剤が、一般式(2)~(7):

# 【化2】

(式中、 $R^3$ は炭素数 $1\sim20$ の脂肪族炭化水素基または炭素数 $6\sim12$ の芳香族炭化水素基、 $R^4$ は水素原子又は炭素数 $1\sim20$ の脂肪族炭化水素基、mは $1\sim11$ の整数を示

す。) 【化3】

(式中、 $R^5$ は水素原子又は炭素数  $1\sim 20$ の脂肪族炭化水素基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なっていてもよい。) 【化4】

$$R^{6}-P$$
(CH<sub>2</sub>), OR<sup>7</sup>
(CH<sub>2</sub>), OR<sup>7</sup>

(式中、 $R^6$ は炭素数 $1\sim20$ の脂肪族炭化水素基または炭素数 $6\sim12$ の芳香族炭化水素基、 $R^7$ は水素原子又は炭素数 $1\sim20$ の脂肪族炭化水素基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なっていてもよい。1は $1\sim12$ の整数を示す。) 【化5】

$$R^{8}-P \xrightarrow{\text{(CH}_{2})_{p}\text{COOR}^{9}}$$

$$\text{(5)}$$

(式中、 $R^g$ は炭素数 $1\sim20$ の脂肪族炭化水素基または炭素数 $6\sim12$ の芳香族炭化水素基、 $R^g$ は水素原子又は炭素数 $1\sim20$ の脂肪族炭化水素基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なっていてもよい。pは $1\sim11$ の整数を示す。) 【化6】

(式中、 $R^{10}$ は水素原子又は炭素数 $1\sim20$ の脂肪族炭化水素基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なっていてもよい。Yは水素原子、メチル基または炭素数 $6\sim1$ 2の芳香族炭化水素基、r、sはそれぞれ $1\sim20$ の整数を示す。)

【化7】

(式中、 $R^{11}$ は炭素数 $1\sim20$ の脂肪族炭化水素基または炭素数 $6\sim12$ の芳香族炭化水素基、 $R^{12}$ は水素原子又は炭素数 $1\sim20$ の脂肪族炭化水素基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なっていてもよい。 tは $1\sim20$ の整数を示す。)で表されるリン含有化合物よりなる群から選択される少なくとも1種であることを特徴とする請求項2および3に記載の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

### 【請求項7】

(B)成分が、臭素含有リン酸エステル系難燃剤、臭素化ポリスチレン系難燃剤、臭素 化ベンジルアクリレート系難燃剤、臭素化エポキシ系難燃剤、臭素化ポリカーボネート系 難燃剤、テトラブロモビスフェノールA誘導体、臭素含有トリアジン系化合物、臭素含有 イソシアヌル酸系化合物よりなる群から選ばれた少なくとも1種の化合物である請求項1 および3記載の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

#### 【請求項8】

(C)成分が、エチレンーグリシジル(メタ)アクリレート共重合体、エチレンー無水マレイン酸共重合体、エチレンーエチル(メタ)アクリレートー無水マレイン酸共重合体、エチレンーメチル(メタ)アクリレート共重合体、エチレンーグリシジル(メタ)アクリレート共重合体ーgーポリスチレン、エチレンーグリシジル(メタ)アクリレート共重合体ーgーポリメチルメタクリレート、エチレンーグリシジル(メタ)アクリレート共重合体ーgーアクリロニトリルースチレン共重合体、エチレンーエチル(メタ)アクリレートー無水マレイン酸共重合体ーgーポリスチレン、エチレンーエチル(メタ)アクリレートー無水マレイン酸共重合体ーgーポリメチルメタクリレート、エチレンーエチル(メタ)アクリレートー無水マレイン酸共重合体ーgーポリメチルメタクリレート、エチレンーエチル(メタ)アクリレートー無水マレイン酸共重合体ーgーアクリロニトリルースチレン共重合体、モンタン酸系ワックス、モンタン酸エステル系ワックス、部分ケン化モンタン酸系ワックス、ポリテトラフルオロエチレン、フッ素変性ワックス、ポリジメチルシリコーン、変性シリコーンレジンの1種以上からなる添加剤である請求項1~7のいずれかに記載の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

# 【請求項9】

(A)、(B) および(C) 成分からなる組成物、または(C) および(D) 成分からなる組成物に、三酸化アンチモン化合物、五酸化アンチモン化合物、アンチモン酸ナトリウムよりなる群から選ばれた少なくとも 1 種を難燃助剤(E) として混合された請求項  $1 \sim 8$ のいずれかに記載の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

### 【請求項10】

(A)、(B)および(C)成分からなる組成物、または(C)および(D)成分からなる組成物に、さらに有機微粒子(F)および/または無機微粒子(G)が混合された、繊維表面に微細な突起を有する請求項1~8のいずれかに記載の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

### 【請求項11】

(F)成分が、ポリアリレート、ポリアミド、フッ素樹脂、シリコン樹脂、架橋アクリル樹脂、架橋ポリスチレンよりなる群から選ばれた少なくとも1種である請求項10記載の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

### 【請求項12】

(G) 成分が、炭酸カルシウム、酸化ケイ素、酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化亜

鉛、タルク、カオリン、モンモリロナイト、ベントナイト、マイカよりなる群から選ばれた少なくとも1種である請求項10記載の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

### 【請求項13】

前記難燃性ポリエステル系繊維が、非捲縮生糸状である請求項1~12のいずれかに記載の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

### 【讀求項14】

前記難燃性ポリエステル系繊維が、原着されている請求項1~13のいずれかに記載の 難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維。

### 【請求項15】

単繊維繊度が30~80dtexである請求項1~14のいずれかに記載の難燃性ポリエステル系繊維。

### 【発明の詳細な説明】

### 【技術分野】

#### 【0001】

本発明は、ポリエステルにリン含有難燃剤および/または臭素含有難燃剤と相溶化剤、滑剤およびブリード防止剤の1種以上からなる添加剤を溶融混練して得られる組成物、または、ポリエステルとリン含有難燃剤を共重合させた共重合体と相溶化剤、滑剤およびブリード防止剤の1種以上からなる添加剤を溶融混練して得られる組成物、から形成された難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維に関する。さらに詳しくは、難燃性、耐熱性、強伸度などの繊維物性を維持し、セット性、耐ドリップ性に優れた人工毛髪用繊維に関するものである。

### 【背景技術】

### [0002]

ポリエチレンテレフタレートまたはポリエチレンテレフタレートを主体とするポリエステルからなる繊維は、高融点、高弾性率で優れた耐熱性、耐薬品性を有していることから、カーテン、敷物、衣料、毛布、シーツ地、テーブルクロス、椅子張り地、壁装材、人工 長、自動車内装資材、屋外用補強材、安全ネットなどに広く使用されている。

### [0003]

一方、かつら、ヘアーウィッグ、付け毛、ヘアーバンド、ドールヘアーなどの頭髪製品 においては、従来、人毛や人工毛髪(モダクリル繊維、ポリ塩化ビニル繊維)などが使用 されてきている。しかし、人毛の提供は困難になってきており、人工毛髪の重要性が高まってきている。

### [0004]

人工毛髪素材として、難燃性の特徴を生かしてモダクリル繊維が多く使用されてきているが、耐熱性の点では不充分である。近年、耐熱性に優れたポリエチレンテレフタレートに代表されるポリエステルを主成分とする繊維を用いた人工毛髪が提案されるようになってきている。しかしながら、ポリエチレンテレフタレートを代表とするポリエステルからの繊維は、可燃性素材であるため、耐燃性が不充分である。

### 【0005】

従来、ポリエステル繊維の耐燃性を向上させようとする試みは種々なされており、たとえばリン原子を含有する難燃性モノマーを共重合させたポリエステルからの繊維にする方法や、ポリエステル繊維に難燃剤を含有させる方法などが知られている。

### [0006]

前者の難燃性モノマーを共重合させる方法としては、たとえば、リン原子が環員子となっていて熱安定性の良好なリン化合物を共重合させる方法(特許文献1)、また、カルボキシホスフィン酸を共重合させる方法(特許文献2)、ポリアリレートを含むポリエステルにリン化合物を配合または共重合させる方法(特許文献3)などが提案されている。前記難燃化技術を人工毛髪に適用したものとしては、たとえばリン化合物を共重合させたポリエステル繊維が提案されている(特許文献4、5)。しかしながら、人工毛髪には高い

耐燃性が要求されるため、これらの共重合ポリエステル繊維を人工毛髪に使用するには、その共重合量を多くしなければならず、その結果、ポリエステルの耐熱性が大幅に低下し、溶融紡糸が困難になったり、火炎が接近した場合、着火・燃焼はしないが、溶融・ドリップするという別の問題が発生する。

#### [0007]

一方、後者の難燃剤を含有させる方法としては、ポリエステル繊維に、微粒子のハロゲン化シクロアルカン化合物を含有させる方法(特許文献 6)、臭素原子含有アルキルシクロヘキサンを含有させる方法(特許文献 7)などが提案されている。前記ポリエステル繊維に難燃剤を含有させる方法では、充分な耐燃性を得るために、含有処理温度を150℃以上の高温にすることが必要であったり、含有処理時間を長時間にする必要があったり、あるいは大量の難燃剤を使用しなければならないといった問題があり、繊維物性の低下や生産性の低下、製造コストがアップするなどの問題が発生する。

#### [0008]

このように、従来のポリエステル繊維の難燃性、耐熱性、強伸度などの繊維物性を維持し、セット性、くし通りに優れた人工毛髪は、いまだ得られていないのが実状である。r/>

【特許文献1】特公昭55-41610号公報

【特許文献2】特公昭53-13479号公報

【特許文献3】特開平11-124732号公報

【特許文献4】特開平3-27105号公報

【特許文献5】特開平5-339805号公報

【特許文献6】特公平3-57990号公報

【特許文献7】特公平1-24913号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

### 【0009】

本発明は、前述のごとき従来の問題を解決した、通常のポリエステル繊維の耐熱性、強伸度など繊維物性を維持し、難燃性、セット性、耐ドリップ性、くし通りに優れ、さらに、繊維の艶がコントロールされた難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維を提供することを目的とする。

### 【課題を解決するための手段】

### [0010]

本発明者らは、前記課題を解決するために鋭意検討を重ねた結果、ポリエステルにリン含有難燃剤および/または臭素含有難燃剤と相溶化剤、滑剤およびブリード防止剤の1種以上からなる添加剤を溶融混練して得られる組成物、または、ポリエステルとリン含有難燃剤を共重合させた共重合体と相溶化剤、滑剤およびブリード防止剤の1種以上からなる添加剤を溶融混練して得られる組成物を溶融紡糸することにより、通常のポリエステル繊維の耐熱性、強伸度など繊維物性を維持し、難燃性、セット性、透明性、発色性、触感、くし通りに優れた難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維が得られることを見出し、また、有機微粒子及び/又は無機微粒子を前記組成物に混合することにより、繊維物性の低下を招くことなく、繊維の艶をコントロールすることができることを見出し、本発明を完成するに至った。

### 【0011】

すなわち、本発明は、ポリアルキレンテレフタレートおよびポリアルキレンテレフタレートを主体とした共重合ポリエステルの1種以上からなるポリエステル(A)100重量部に対し、リン含有難燃剤および/または臭素含有難燃剤(B)3~30重量部および、相溶化剤、滑剤およびブリード防止剤の1種以上からなる添加剤(C)0.1~20重量部を溶融混練して得られる組成物、または、(A)成分と共重合可能な(B)成分である反応型リン系難燃剤2~10重量部を共重合させた共重合体(D)100重量部に対し、相溶化剤、滑剤およびブリード防止剤の1種以上からなる添加剤(C)0.1~20重量

部を溶融混練して得られる組成物から形成された難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維で あり、好ましくは、(A)成分が、ポリエチレンテレフタレート、ポリプロピレンテレフ タレートおよびポリブチレンテレフタレートよりなる群から選ばれた少なくとも1種のポ リマーである上記難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維、(B)成分が、ホスフェート系 化合物、ホスホネート系化合物、ホスフィネート系化合物、ホスフィンオキサイド系化合 物、ホスホナイト系化合物、ホスフィナイト系化合物、ホスフィン系化合物および縮合リ ン酸エステル化合物よりなる群から選ばれた少なくとも1種の化合物および/または臭素 含有リン酸エステル系難燃剤、臭素化ポリスチレン系難燃剤、臭素化ベンジルアクリレー ト系難燃剤、臭素化ポリカーボネート系難燃剤、テトラブロモビスフェノールA誘導体、 臭素含有トリアジン系化合物、臭素含有イソシアヌル酸系化合物よりなる群から選ばれた 少なくとも1種の難燃剤である上記難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維、(C)成分が 、エチレンーグリシジル(メタ)アクリレート共重合体、エチレンー無水マレイン酸共重 合体、エチレンーエチル (メタ) アクリレートー無水マレイン酸共重合体、エチレンーメ チル (メタ) アクリレート共重合体、エチレン-グリシジル (メタ) アクリレート共重合 体ーgーポリスチレン、エチレンーグリシジル(メタ)アクリレート共重合体-gーポリ メチルメタクリレート、エチレンーグリシジル (メタ) アクリレート共重合体-g-アク リロニトリルースチレン共重合体、エチレンーエチル (メタ) アクリレートー無水マレイ ン酸共重合体 - g - ポリスチレン、エチレンーエチル(メタ)アクリレート - 無水マレイ ン酸共重合体-g-ポリメチルメタクリレート、エチレン-エチル(メタ)アクリレート -無水マレイン酸共重合体-g-アクリロニトリル-スチレン共重合体、モンタン酸系ワ ックス、モンタン酸エステル系ワックス、部分ケン化モンタン酸系ワックス、モンタン酸 金属塩、ポリエチレン系ワックス、酸化ポリエチレン系ワックス、ポリテトラフルオロエ チレン、フッ素変性ワックス、ポリジメチルシリコーン、変性シリコーンレジンの1種以 上からなる添加剤である請求項1~8のいずれかに記載の難燃性ポリエステル系人工毛髪 用繊維に関する。

### 【0012】

さらには、(A)、(B)、および(C)成分からなる組成物または、(C)および(D)成分からなる組成物に、三酸化アンチモン化合物、五酸化アンチモン化合物、アンチモン酸ナトリウムよりなる群から選ばれた少なくとも1種を難燃助剤(E)として混合された上記難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維、さらに有機微粒子(F)および/または無機微粒子(G)を混合して、繊維表面に微細な突起を形成することを特徴とし、(F)成分が、ポリアリレート、ポリアミド、フッ素樹脂、シリコン樹脂、架橋アクリル樹脂、架橋ポリスチレンよりなる群から選ばれた少なくとも1種であり、(G)成分が炭酸カルシウム、酸化ケイ素、酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化亜鉛、タルク、カオリン、モンモリロナイト、ベントナイト、マイカよりなる群から選ばれた少なくとも1種である上記難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維に関する。

### 【0013】

また、上記難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維は非捲縮生糸状であり、原着されており、単繊維繊度が30~80 d t e x であることが好ましい。

### 【発明の効果】

### [0014]

本発明によると、通常のポリエステル繊維の耐熱性、強伸度など繊維物性を維持し、難燃性、セット性、くし通りに優れ、繊維の艶がコントロールされたポリエステル系繊維およびそれを用いた人工毛髪が得られる。

# 【発明を実施するための最良の形態】

### 【0015】

本発明の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維は、ポリアルキレンテレフタレートおよびポリアルキレンテレフタレートを主体とした共重合ポリエステルの1種以上からなるポリエステル(A)、リン含有難燃剤および/または臭素含有難燃剤(B)および、相溶化剤、滑剤およびブリード防止剤の1種以上からなる添加剤(C)を溶融混練して得られる

組成物、または、ポリエステル(A)とリン含有難燃剤(B)を共重合させた共重合体(D)と相溶化剤、滑剤およびブリード防止剤の1種以上からなる添加剤(C)を溶融混練して得られる組成物を溶融紡糸した繊維である。

### 【0016】

本発明に用いられるポリエステル(A)に含まれるポリアルキレンテレフタレートまたはポリアルキレンテレフタレートを主体とした共重合ポリエステルとしては、たとえばポリエチレンテレフタレート、ポリプロピレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレートなどのポリアルキレンテレフタレートおよび/またはこれらのポリアルキレンテレフタレートを主体とし、少量の共重合成分を含有する共重合ポリエステルがあげられる。

### 【0017】

前記主成分とするとは、80モル%以上含有することをいう。

### 【0018】

前記共重合成分としては、たとえばイソフタル酸、オルトフタル酸、ナフタレンジカルボン酸、パラフェニレンジカルボン酸、トリメリット酸、ピロメリット酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、スペリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ドデカン二酸などの多価カルボン酸、それらの誘導体、5ーナトリウムスルホイソフタル酸、5ーナトリウムスルホイソフタル酸ジヒドロキシエチルなどのスルホン酸塩を含むジカルボン酸、その誘導体、1,2ープロパンジオール、1,3ープロパンジオール、1,4ーブタンジオール、1,6ーヘキサンジオール、ネオペンチルグリコール、1,4ーシクロヘキサンジメタノール、ジエチレングリコール、ポリエチレングリコール、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール、4ーヒドロキシ安息香酸、 $\varepsilon$ -カプロラクトンなどがあげられる。

### [0019]

前記共重合ポリエステルは、通常、主体となるテレフタル酸および/またはその誘導体 (たとえばテレフタル酸メチル)と、アルキレングリコールとの重合体に少量の共重合成 分を含有させて反応させることにより製造するのが、安定性、操作の簡便性の点から好ましいが、主体となるテレフタル酸および/またはその誘導体 (たとえばテレフタル酸メチル)と、アルキレングリコールとの混合物に、さらに少量の共重合成分であるモノマーま たはオリゴマー成分を含有させたものを重合させることにより製造してもよい。

### [0020]

前記共重合ポリエステルは、主体となるポリアルキレンテレフタレートの主鎖および/ または側鎖に前記共重合成分が重縮合していればよく、共重合の仕方などには特別な限定 はない。

### [0021]

前記ポリアルキレンテレフタレートを主体とした共重合ポリエステルの具体例としては、たとえばポリエチレンテレフタレートを主体とし、ビスフェノールAのエチレングリコールエーテルを共重合したポリエステル、1,4-シクロヘキサンジメタノールを共重合したポリエステル、5-ナトリウムスルホイソフタル酸ジヒドロキシエチルを共重合したポリエステルなどがあげられる。

# [0022]

前記ポリアルキレンテレフタレートおよび共重合ポリエステルは、1種で用いてもよく、2種以上を組み合わせて用いてもよい。これらのうちでは、ポリエチレンテレフタレート、ポリプロピレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、共重合ポリエステル(ポリエチレンテレフタレートを主体とし、ビスフェノールAのエチレングリコールエーテルを共重合したポリエステル、1,4ーシクロヘキサンジメタノールを共重合したポリエステル、5ーナトリウムスルホイソフタル酸ジヒドロキシエチルを共重合したポリエステルなど)が好ましく、これらは2種以上混合したものも好ましい。

# 【0023】

(A) 成分の固有粘度としては、 $0.5\sim1.4$ 、さらには $0.6\sim1.2$ であるのが好ましい。固有粘度が0.5未満の場合、得られる繊維の機械的強度が低下する傾向が生じ、1.4をこえると、分子量の増大に伴い溶融粘度が高くなり、溶融紡糸が困難になっ

たり、繊度が不均一になる傾向が生じる。

### [0024]

本発明に用いられるリン含有難燃剤(B)にはとくに限定はなく、一般に用いられているリン含有難燃剤であれば使用することができる。ここでリン含有難燃剤(B)は、非共重合型のリン含有難燃剤を他の成分と混合して用いてもよいし、反応型のリン含有難燃剤を(A)成分と共重合させて(D)成分として使用しても良い。

# [0025]

非共重合型の(B)成分としては、ホスフェート系化合物、ホスホネート系化合物、ホスフィネート系化合物、ホスフィンオキサイド系化合物、ホスホナイト系化合物、ホスフィナイト系化合物、ホスフィン系化合物、たとえば一般式(1):

# [0026]

11001

$$\begin{array}{c}
0 \\
R^{1}O - P \\
R^{1}O
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
0 \\
0 \\
R^{2} - O - P \\
R^{1}O
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
0 \\
0 \\
0 - R^{2} - O - P - O R^{1} \\
0 R^{1}O
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
0 \\
0 \\
0 - R^{2} - O - P - O R^{1} \\
0 - R^{2} - O - P - O R^{1}
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
0 \\
0 \\
0 - R^{2} - O - P - O R^{1}
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
0 \\
0 \\
0 - R^{2} - O - P - O R^{1}
\end{array}$$

#### [0027]

(式中、 $R^1$ は1価の芳香族炭化水素基または脂肪族炭化水素基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なっていてもよい。 $R^2$ は2価の芳香族炭化水素基であり、2個以上含まれる場合、それらは同一であってもよく異なっていてもよい。nは $0\sim1$ 5を示す。)

で表わされる縮合リン酸エステル系化合物があげられる。これらは1種で使用してもよく、2種以上を組み合わせて用いてもよい。これらのうちでは一般式(2)で表わされる縮合リン酸エステル系化合物であるのが好ましい。

### [0028]

非共重合型のリン含有難燃剤(B)の具体例としては、トリメチルホスフェート、トリエチルホスフェート、トリブチルホスフェート、トリ(2ーエチルへキシル)ホスフェート、トリフェニルホスフェート、トリクレジルホスフェート、トリキシレニルホスフェート、トリス(イソプロピルフェニル)ホスフェート、トリス(フェニルフェニル)ホスフェート、トリス(オソプロピルフェニル)ホスフェート、トリス(フェニルフェニル)ホスフェート、トリネフチルホスフェート、クレジルフェニルホスフェート、キシレニルジフェニルホスフェート、トリフェニルホスフィンオキサイド、トリクレジルホスフィンオキサイド、メタンホスホン酸ジフェニル、フェニルホスカン酸ジエチルなどのほか、レゾルシノールポリフェニルホスフェート、レゾルシノールポリ(ジー2、6ーキシリル)ホスフェート、ビスフェノールAポリクレジルホスフェート、ハイドロキノンポリ(2、6ーキシリル)ホスフェートなどや、式:

# [0029]

【化9】

[0030]

【化10】

【0031】 【化11】

【0032】 【化12】

$$\left(\bigcirc\right) - \circ \right)_{2}^{\circ} \left(\bigcirc\right) - \circ - P \left(\circ - \bigcirc\right)_{2}^{\circ} \left(\bigcirc\right) - P \left(\circ - \bigcirc\right)_{2}^{\circ} \left(\bigcirc\right) - O \left(\bigcirc\right)_{2}^{\circ} \left(\bigcirc\right)_{2}^{\circ} \left(\bigcirc\right) - O \left(\bigcirc\right)_{2}^{\circ} \left(\bigcirc\right)$$

【0033】 【化13】

[0034]

【化14】

$$\begin{array}{c|c}
CH_3\\
O\\
O\\
CH_3
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
CH_3\\
O\\
P\\
O\\
CH_3
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
CH_3\\
CH_3
\end{array}$$

$$\begin{array}{c}
CH_3\\
CH_3
\end{array}$$

【0035】

【化15】

[0036]

で表わされる化合物を含む一般式(2)で表わされる縮合リン酸エステル系化合物があげられる。

[0037]

また、(D)成分を得る場合に使用する反応型(B)成分としては、(A)成分と共重合可能な反応型リン系難燃剤を使用することができ、一般式(2) $\sim$ (7):

[0038]

【化16】

[0039]

(式中、R³は炭素数 $1\sim20$ の脂肪族炭化水素基または炭素数 $6\sim12$ の芳香族炭化水素基、R⁴は水素原子又は炭素数 $1\sim20$ の脂肪族炭化水素基、mは $1\sim11$ の整数を示す。)

[0040]

【化17】

[0041]

(式中、 $R^5$ は水素原子又は炭素数  $1\sim20$ の脂肪族炭化水素基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なっていてもよい。)

[0042]

【化18】

$$R^{6}-P$$
(CH<sub>2</sub>) | OR<sup>7</sup>
(CH<sub>2</sub>) | OR<sup>7</sup>

[0043]

(式中、 $R^6$ は炭素数 $1\sim20$ の脂肪族炭化水素基または炭素数 $6\sim12$ の芳香族炭化水素基、 $R^7$ は水素原子又は炭素数 $1\sim20$ の脂肪族炭化水素基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なっていてもよい。1は $1\sim12$ の整数を示す。)

[0044]

【化19】

$$R^{B}-P \xrightarrow{(CH_{2})_{p}COOR^{9}}$$

$$(5)$$

# 【0045】

(式中、 $R^9$ は炭素数 $1\sim20$ の脂肪族炭化水素基または炭素数 $6\sim12$ の芳香族炭化水素基、 $R^9$ は水素原子又は炭素数 $1\sim20$ の脂肪族炭化水素基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なっていてもよい。pは $1\sim11$ の整数を示す。)

[0046]

【1<u>k</u>20】

$$(6)$$
Y (CH<sub>2</sub>), -P

(OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>), OR<sup>10</sup>

[0047]

(式中、 $R^{10}$ は水素原子又は炭素数 $1\sim20$ の脂肪族炭化水素基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なっていてもよい。Yは水素原子、メチル基または炭素数 $6\sim1$ 2の芳香族炭化水素基、r、sはそれぞれ $1\sim20$ の整数を示す。) 【0048】 【化21】

$$(OCH2CH2), OR12$$

$$R11P$$

$$(OCH2CH2), OR12$$

$$(7)$$

# [0049]

(式中、 $R^{11}$ は炭素数 $1\sim20$ の脂肪族炭化水素基または炭素数 $6\sim12$ の芳香族炭化水素基、 $R^{12}$ は水素原子又は炭素数 $1\sim20$ の脂肪族炭化水素基であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なっていてもよい。tは $1\sim20$ の整数を示す。)

で表されるリン系化合物などが挙げられ、具体例としては、たとえば、ジエチルーN,Nービス(2-ヒドロキシエチル)アミノメチルホスホネート、2-メタクリロイルオキシエチルアシッドホスフェート、ジフェニル-2-メタクリロイルオキシエチルホスフェート、トリス(3-ヒドロキシプロピル)ホスフィン、トリス(4-ヒドロキシブチル)ホスフィン、トリス(3-ヒドロキシプロピル)ホスフィンオキシド、トリス(3-ヒドロキシブチル)ホスフィンオキシド、3-(ヒドロキシフェニルホスフィノイル)プロピオン酸などや、式:

【0050】

【化22】

# 【0051】

【化23】

[0052]

【化24】

$$C_4H_9-P$$
 $(CH_2)_3OH$ 
 $(CH_2)_3OH$ 

【0053】

【化25】

$$C_4H_9-P$$

$$(CH_2)_2COOH$$

$$(CH_2)_2COOH$$

【0054】 【化26】

$$CH_3-P$$

$$(OCH_2CH_2)_2OH$$

$$(OCH_2CH_2)_2OH$$

【0055】 【化27】

### 【0056】

などのリン含有化合物が挙げられる。

# [0057]

上記反応型リン系難燃剤の使用量は、(A)成分100重量部に対して、2~10重量部の範囲であり、3~9重量部がより好ましく、4~8重量部がさらに好ましい。使用量が、2重量%より少ないと難燃効果が得られ難くなり、10重量%より多いと機械的特性、耐熱性が損なわれる。(D)成分を得るにあたり、反応型リン系難燃剤を共重合させる熱可塑性共重合ポリエステルの製造は、公知の方法を用いることができ、ジカルボン酸およびその誘導体とジオール成分およびその誘導体と反応型リン系難燃剤を混合し重縮合する方法や熱可塑性ポリエステルをエチレングリコールなどのジオール成分を用いて解重合し、解重合時に反応型リン系難燃剤を混在させ、再度、重縮合させて共重合体を得る方法などが好ましい。

# 【0058】

本発明に用いられる臭素含有難燃剤(B)にはとくに限定はなく、一般に用いられている臭素含有難燃剤であれば使用することができる。

# 【0059】

(B) 成分の具体例としては、ペンタブロモトルエン、ヘキサブロモベンゼン、デカブロモジフェニル、デカブロモジフェニルエーテル、ビス (トリブロモフェノキシ) エタン、テトラブロモ無水フタル酸、エチレンビス (テトラブロモフタルイミド)、エチレンビス (ペンタブロモフェニル)、オクタブロモトリメチルフェニルインダン、トリス (トリブロモネオペンチル) ホスフェートなどの臭素含有リン酸エステル類、一般式 (8) で表される臭素化ポリスチレン類、一般式 (9) で表される臭素化ポリベンジルアクリレート類、一般式 (10) で表される臭素化エポキシオリゴマー類、一般式 (11) で表される

【0060】

【化28】

$$\begin{array}{c|c}
\hline
CH-CH_2 \\
\hline
Br_x
\end{array}$$
(8)

【0061】

(式中、Xは1~5、aは5~200を示す。)

で表される構造を主鎖骨格中に有する臭素化ポリスチレン

[0062]

【化29】

【0063】

(式中、bは5~100を示す。)

で表される構造を主鎖骨格中に有する臭素化ポリアクリレート

[0064]

【化30】

[0065]

(式中、cは5~200を示す。)

[0066]

【化31】

# [0067]

(式中、 $R^{13}$ は水素または臭素原子であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なっていてもよい。dは1~80を示す。)

[0068]

【化32】

### [0069]

(式中、 $R^{14}$ は水素または臭素原子であり、それらはそれぞれ同一であってもよく異なっていてもよい。eは $1\sim80$ を示す。)

これらの中では、臭素含有リン酸エステル系難燃剤、臭素化ポリスチレン系難燃剤、臭素化ベンジルアクリレート系難燃剤、臭素化エポキシ系難燃剤、臭素化ポリカーボネート系難燃剤、テトラブロモビスフェノールA誘導体、臭素含有トリアジン系化合物、臭素含有イソシアヌル酸系化合物が好ましい。

# [0070]

上記(B)成分の使用量は、(A)成分100重量部に対し、 $3\sim30$ 重量部が好ましく、 $3\sim25$ 重量部がより好ましく、 $4\sim20$ 重量部がさらに好ましい。使用量が2重量部より少ないと難燃効果が得られ難くなり、30重量部より多いと機械的特性、耐熱性、耐ドリップ性が損なわれる。

### 【0071】

本発明に用いられる相溶化剤、滑剤およびブリード防止剤の1種以上からなる添加剤(C)にはとくに限定はなく、一般に用いられているものであれば使用することができる。 【0072】

(C) 成分の具体例としては、たとえば、エチレンーグリシジル(メタ)アクリレート共重合体、エチレンーエチル(メタ)アクリレート共重合体、エチレンー無水マレイン酸共重合体、エチレンーエチル(メタ)アクリレートー無水マレイン酸共重合体、エチレンーメチル(メタ)アクリレート共重合体、エチレンー酢酸ビニル共重合体、アクリロニトリルースチレン共重合体、ポリエチレンーgーポリスチレン、ポリエチレンーgーポリメチルメタクリレート、ポリエチレンーgーアクリロニトリルースチレン共重合体、プロピレンーgースチレン、プロピレンーgーアクリロニトリルースチレン共重合体、エチレンーグリシジル(メタ)アクリレート共重合体ーgーポリメチルメタクリレート、エチレンーグリシジル(メタ)アクリレート共重合体ーgーポリスチレン、エチレンーグリシジル(メタ)アクリレート共重合体ーgーポリスチレン、エチレンーエチル(メタ)アクリレート共重合体ーgーポリスチレン、エチレンーエチル(メタ)アクリレート共重合体ーgーポリスチレン、エチレンーエチル(メタ)アクリレート共重合体ーョーポリスチレン、エチレンーエチル(メタ)アクリレート共重合体ーョーポリメチルメタクリレート、エチレンーエチル(メタ)アクリレート共重合体ーョーポリメチルメタクリレート、エチレンーエチル(メタ)アクリ

レート共重合体 - g - アクリロニトリルースチレン共重合体、エチレン - 酢酸ビニル共重合体 - g - ポリスチレン、エチレン - 酢酸ビニル共重合体 - g - ポリメチルメタクリレート、エチレン - 酢酸ビニル共重合体 - g - アクリロニトリルースチレン共重合体、エチレンーエチル(メタ)アクリレート - 無水マレイン酸共重合体 - g - ポリメチルメタクリレート、エチレン - エチル(メタ)アクリレート - 無水マレイン酸共重合体 - g - ポリメチルメタクリレート、エチレン - エチル(メタ)アクリレート - 無水マレイン酸共重合体 - g - アクリロニトリルースチレン共重合体、モンタン酸系ワックス、モンタン酸エステル系ワックス、部分ケン化モンタン酸系ワックス、モンタン酸金属塩、炭化水素系ワックス、エチレン - 酢酸ビニル共重合ワックス、酸化エチレン - 酢酸ビニル共重合ワックス、酸化エチレン - 酢酸ビニル共重合ワックス、ポリエチレン系ワックス、酸化ポリエチレン系ワックス、ポリプロピレン系ワックス、ポリエチレン系アックス、アミド変性ワックス、ポリテトラフルオロエチレン、フッ素変性ワックス、脂肪酸エステル、グリセリンエステル、ソルビタンエステル、脂肪酸アマイド、脂肪族ポリエステル、ポリジメチルシリコーン、変性シリコーンレジンなどが挙げられる。

### [0073]

これらの中では、エチレンーグリシジル(メタ)アクリレート共重合体、エチレンー無水マレイン酸共重合体、エチレンーメチル(メタ)アクリレート共重合体、エチレンーグリシジル(メタ)アクリレート共重合体、エチレンーグリシジル(メタ)アクリレート共重合体。エチレンーグリシジル(メタ)アクリレート共重合体ーgーポリスチレン、エチレンーグリシジル(メタ)アクリレート共重合体ーgーポリメチルメタクリレート、エチレンーグリシジル(メタ)アクリレート共重合体ーgーポリメチルメタクリレート、エチレンーエチル(メタ)アクリレートー無水マレイン酸共重合体ーgーポリスチレン、エチレンーエチル(メタ)アクリレートー無水マレイン酸共重合体ーgーポリメチルメタクリレート、エチレンーエチル(メタ)アクリレートー無水マレイン酸共重合体ーgーポリメチルメタクリレート、エチレンーエチル(メタ)アクリレートー無水マレイン酸共重合体ーgーアクリロニトリルースチレン共重合体、モンタン酸系ワックス、モンタン酸エステル系ワックス、部分ケン化モンタン酸系ワックス、モンタン酸金属塩、ポリエチレン系ワックス、酸化ポリエチレン系ワックス、ポリテトラフルオロエチレン、フッ素変性ワックス、ポリジメチルシリコーン、変性シリコーンレジンが好ましい。

# [0074]

上記(C)成分の使用量は、(A)成分100重量部に対し、0.1~20重量部が好ましく、0.2~15重量部がより好ましく、0.3~10重量部がさらに好ましい。使用量が0.1重量部より少ないと相溶化、ブリード抑制、繊維表面の平滑化の効果が発現されず、20重量部より多いと機械的特性、耐熱性、難燃性、耐ドリップ性が損なわれる

# 【0075】

本発明においては、(C)成分を使用することで、(A)成分と(B)成分の相溶性または分散状態が改善されることにより、(B)成分の繊維表面へのブリードアウトが抑制され、繊維表面にベタツキがなく、さらに、すべり性を付与することができ、くし通りの良いフィラメントが得られる。また、(D)成分を使いた場合においても、(C)成分の効果は相溶性と分散以外の効果は発揮されるため、繊維表面にベタツキがなく、さらに、すべり性を付与することができ、くし通りの良いフィラメントが得られる点で同一である

# [0076]

本発明に使用する難燃性ポリエステル系組成物は、たとえば、(A)、(B)および(C)成分、または(C)成分および(D)成分をドライブレンドした後、種々の一般的な混練機を用いて溶融混練することにより製造することができる。

# [0077]

前記混練機の例としては、たとえば一軸押出機、二軸押出機、ロール、バンバリーミキサー、ニーダーなどがあげられる。これらのうちでは、二軸押出機が、混練度の調整、操作の簡便性の点から好ましい。

### 【0078】

本発明の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維は、(B)成分を配合することまたは(D)成分を使用することにより難燃性は発現されるが、難燃効果を向上させるために(E)成分を配合することができる。

### [0079]

本発明に用いられるアンチモン系難燃助剤(E)にはとくに限定はなく、具体例としては、三酸化アンチモン化合物、五酸化アンチモン化合物、アンチモン酸ナトリウムが挙げられる。

### [0080]

上記(E)成分の粒径はとくに限定されないが、 $0.02\sim5\mu$ mが好ましく、 $0.02\sim3\mu$ mがより好ましく、 $0.02\sim2\mu$ mがさらに好ましい。また、必要に応じてエポキシ化合物、シラン化合物、イソシアネート化合物、チタネート化合物等で表面処理されてもよい。(E)成分の使用量は、(A)成分100重量部に対し、 $0\sim5$ 重量部が好ましく、 $0\sim3$ 重量部がより好ましく、 $0\sim2$ 重量部がさらに好ましい。使用量が5重量部より多いと外観性、色相、発色性が損なわれる。

### [ 0081 ]

本発明の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維は、有機微粒子(F)および/または無機微粒子(G)を混合して、繊維表面に微細な突起を形成し、繊維表面の光沢、つやを調整することができる。

### [0082]

(F) 成分としては、主成分である(A) 成分および/または(B) 成分と相溶しないか、部分的に相溶しない構造を有する有機樹脂成分であれば使用することができ、たとえば、ポリアリレート、ポリアミド、フッ素樹脂、シリコン樹脂、架橋アクリル樹脂、架橋ポリスチレンなどが挙げられる。これらは1種で用いてもよく、2種以上を組み合わせて用いてもよい。

### [0083]

(G) 成分としては、繊維の透明性、発色性への影響から、(A) および/または(B) 成分の屈折率に近い屈折率を有するものが好ましく、たとえば、炭酸カルシウム、酸化ケイ素、酸化チタン、酸化アルミニウム、酸化亜鉛、タルク、カオリン、モンモリロナイト、ベントナイト、マイカなどが挙げられる。

# 【0084】

本発明の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維は、前記難燃性ポリエステル系組成物を通常の溶融紡糸法で溶融紡糸することにより製造することができる。

# [0085]

すなわち、たとえば、押出機、ギアポンプ、口金などの温度を270~310℃とし、溶融紡糸し、紡出糸条を加熱筒に通過させたのち、ガラス転移点以下に冷却し、50~500m/分の速度で引き取ることにより紡出糸条が得られる。また、紡出糸条を冷却用の水を入れた水槽で冷却し、繊度のコントロールを行なうことも可能である。加熱筒の温度や長さ、冷却風の温度や吹付量、冷却水槽の温度、冷却時間、引取速度は、吐出量および口金の孔数によって適宜調整することができる。

### 【0086】

得られた紡出糸条は熱延伸されるが、延伸は紡出糸条を一旦巻き取ってから延伸する2 工程法および巻き取ることなく連続して延伸する直接紡糸延伸法のいずれの方法によって もよい。熱延伸は、1段延伸法または2段以上の多段延伸法で行なわれる。熱延伸におけ る加熱手段としては、加熱ローラ、ヒートプレート、スチームジェット装置、温水槽など を使用することができ、これらを適宜併用することもできる。

### [0087]

本発明の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維には、必要に応じて、(B)成分以外の 難燃剤、耐熱剤、光安定剤、蛍光剤、酸化防止剤、静電防止剤、顔料、可塑剤、潤滑剤な どの各種添加剤を含有させることができる。顔料を含有させることにより、原着繊維を得 ることができる。

### [0088]

このようにして得られる本発明の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維は、非捲縮生糸状の繊維であり、その繊度は、通常、30~80dtex、さらには35~75dtexであるのが、人工毛髪用に適している。また、人工毛髪用繊維としては、160~200℃で美容熱器具(ヘアーアイロン)が使用できる耐熱性を有しており、着火しにくく、自己消火性を有していることが好ましい。

#### 【0089】

本発明の難燃性ポリエステル系繊維が原着されている場合、そのまま使用することができるが、原着されていない場合、通常の難燃性ポリエステル系繊維と同様の条件で染色することができる。

### 【0090】

染色に使用される顔料、染料、助剤などとしては、耐候性および難燃性のよいものが好ましい。

#### 【0091】

本発明の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維は、美容熱器具(ヘアーアイロン)を用いたカールセット性に優れ、カールの保持性にも優れる。また、繊維表面の凹凸により、 適度に艶消されており、人工毛髪として使用することができる。さらに、繊維表面処理剤 、柔軟剤などの油剤を使用し、触感、風合を付与して、より人毛に近づけることができる

#### [0092]

また、本発明の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維は、モダアクリル繊維、ポリ塩化 ビニル繊維、ナイロン繊維など、他の人工毛髪素材と併用してもよいし、人毛と併用して もよい。

#### 【0093】

かつら、ヘアーウィッグ、付け毛などの頭髪製品に使用される人毛は、一般に、キューティクルの処理や脱色および染色されており、触感、くし通りを確保するために、シリコーン系の繊維表面処理剤、柔軟剤を使用しているため、未処理の人毛とは異なり易燃性であるが、本発明の難燃性ポリエステル系人工毛髪用繊維と人毛とを人毛混率60%以下で混合した場合、良好な難燃性を示す。

### 【実施例】

# [0094]

つぎに、本発明を実施例に基づいてさらに具体的に説明するが、本発明はこれらに限定 されるものではない。

# [0095]

なお、特性値の測定法は、以下のとおりである。

# (強度および伸度)

インテスコ社製、INTESCO Model201型を用いて、フィラメントの引張強伸度を測定する。長さ40mmのフィラメント1本をとり、フィラメントの両端10mmを、接着剤を糊付けした両面テープを貼り付けた台紙(薄紙)で挟み、一晩風乾させて、長さ20mmの試料を作製する。試験機に試料を装着し、温度24 $^{\circ}$ C、湿度80 $^{\circ}$ 以下、荷重1 $^{\prime}$ 30gF $^{\circ}$ X裁度(デニール)、引張速度20mm/分で試験を行ない、強伸度を測定する。同じ条件で試験を10回繰り返し、平均値をフィラメントの強伸度とする。(難燃性)

繊度約50dtexのフィラメントを150mmの長さに切り、0.7gを束ね、一方の端をクランプで挟んでスタンドに固定して垂直に垂らす。有効長120m 前の固定したフィラメントに20mmの炎を3秒間接炎させ、燃焼させる。燃焼性は、残炎時間が0秒(着火しない)を@、3秒未満をO、3 $\sim$ 10を $\Delta$ 、10秒以上を $\times$ とし、また、耐ドリップ性は、ドリップ数が0を@、5以下をO、 $6<math>\sim$ 10を $\Delta$ 、11以上を $\times$ として評価する。

# (光沢)

長さ30cm、総繊度10万dtexのトウフィラメントを太陽光のもと、目視により評価する。

### 【0096】

- ◎:人毛に等しいレベルに光沢が調整されている
- 〇:適度に光沢が調整されている
- △:若干光沢が多すぎる、または、若干光沢が少なすぎる
- ×:光沢が多すぎる、または、光沢が少なすぎる

#### (触感)

長さ30cm、総繊度10万dtexのトウフィラメントを手で触り、フィラメント表面のベタツキ感を評価する。

### [0097]

- 〇:ベタツキ感なし
- △:若干ベタツキ感がある
- ×:ベタツキ感がある

### (くし通り)

長さ30cm、総裁度10万dtexのトウフィラメントに繊維表面処理剤として、PO/EOランダム共重合体(分子量20000)とカチオン系帯電防止剤を50/50の比率で含む3%水溶液に浸漬し、それぞれ0.1%が付着するようにし、80℃で5分間乾燥させる。処理されたトウフィラメントにくし(デルリン樹脂製)を通し、くしの通り易さを評価する。

#### 【0098】

- ○:ほとんど抵抗ない(軽い)
- △:若干抵抗がある(重い)
- ×:かなり抵抗がある、または、途中で引っかかる

# (アイロンセット性)

ヘアーアイロンによるカールセットのしやすさ、カール形状の保持性の指標である。フィラメントを180℃に加熱したヘアーアイロンにかるく挟み、3回扱き予熱する。このときのフィラメント間の融着、櫛通り、フィラメントの縮れ、糸切れを目視評価する。つぎに、予熱したフィラメントをヘアーアイロンに捲きつけ、10秒間保持し、アイロンを引き抜く。このときの抜きやすさ(ロッドアウト性)、抜いたときのカールの保持性を目視評価する。

# (実施例1~17)

水分量100ppm以下に乾燥したポリエチレンテレフタレート、臭素化工ポキシ系難燃剤、アンチモン系難燃助剤、有機微粒子、無機微粒子からなる表1、表2に示す比率の組成物に、着色用ポリエステルペレットPESM6100 BLACK(大日精化工業(株)製、カーボンブラック含有量30%、ポリエステルは(A)成分に含まれる)2部を添加してドライブレンドし、二軸押出機に供給し、280℃で溶融混練し、ペレット化したのちに、水分量100ppm以下に乾燥させた。ついで、溶融紡糸機を用いて280℃でノズル径0.5mmの丸断面ノズル孔を有する紡糸口金より溶融ポリマーを吐出し、口金下30mmの位置に設置した水温50℃の水浴中で冷却し、100m/分の速度で巻き取って未延伸糸を得た。得られた未延伸糸を80℃の温水浴中で延伸を行ない、4倍延伸糸とし、200℃に加熱したヒートロールを用いて、100m/分の速度で巻き取り、熱処理を行ない、単繊維繊度が50dtex前後のポリエステル系繊維(マルチフィラメント)を得た。

# 【0099】

【表1】

						実	実施例				
		1	2	3	4	5	9	7	8	6	1 0
(A) 成分	BK-21080*1	100	100	100	100	100	100				
(B) 成分	$PX - 200*^{2}$	9	6	6	1.0	1.0	9			4	
	CR-900*3						2				2
	YPB-43M*4										
(E) 成分	三酸化アンチモン										
(C) 成分	ボンドファースト2C*5	3						1			
	モディパーA4100*6		3						1	2	
	LicowaxE*7			1.5	3		1.5				0.5
	BY27-009*8					2					
(D) 成分	ハイムRH-416*9							100	100	100	100
(E) 成分	三酸化アンチモン										
(G) 成分	PKP-53*11	0.5	0.5		-	1	1				
	イムシルA-8*12	0.5	0.5	7	1	1	1				

[0100]

# 【表2】

					実施例					光數例	
		111	1 2	13	14	15	16	1.7	1	2	3
(4) 時分	BK-21080*1	100	100	100	100	100	100	100	100		100
(B) 時公									10		
	CR-900*3	9	9	1.0							10
	YPB-43M*4				10	15	15	1.5			
(C) 成分	ボンドファ										
	モディパ										
	LicowaxE*7	0.5	0.5		0. 1	0.2		0.2			
	BY27-009*8			2			0.5				
(D) 成分	~~ ~~ ~~ ~~ ~~ ~~ ~~ ~~ ~~ ~~ ~~ ~~ ~~									100	
(E) 成分	三酸化アンチモン		1		1						
(F) 成分	U – 7							0.8			
(G) 成分	1	1		1		0.5	0.5				
	イムシルA-8*12	1		1		0.5	0.5				

# [0101]

\*1:ポリエチレンテレフタレート、日本ユニペット(株)製

\*2:1, 3-フェニレンビス(ジキシレニルホスフェート)、大八化学工業(株)製

\*3:トリス(トリブロモネオペンチル)ホスフェート、大八化学工業(株)製

- \*4:臭素化エポキシ系難燃剤、東都化成(株)製
- \*5:エチレンーグリシジルメタクリレート共重合体、住友化学工業(株)製
- \*6:エチレンーグリシジルメタクリレート共重合-g-ポリメチルメタクリレートポリ
- アーレート、日本油脂(株)製
- \*7:モンタン酸エステルワックス、クラリアントジャパン(株)
- \*8:シリコーン系マスターバッチ(シリコーン/ポリブチレンテレフタレート=50/
- 50 )、東レ・ダウコーニング・シリコーン
- \*9:難燃剤共重合ポリエステル、東洋紡績(株)製
- \*10:ポリアリレート、ユニチカ (株) 製
- \*11: タルク、富士タルク(株) 製
- \*12:シリカ、UNIMIN社製

得られた繊維を用いて、強伸度、難燃性、光沢、触感、くし通り、コールドセット性、カール保持力、アイロンセット性を評価した結果を表3、表4に示す。 【0102】

# 【表3】

							実施例				
		1	2	3	4	5	9	7	8	6	1.0
繊度 (dtex)	)	5 0	5 1	53	4 8	5 1	5.0	4 9	2 5	5 0	5 2
強度(cN/dtex	tex)	2.6	2.5	2. 1	1. 7	1.8	2.0	2. 1	2.3	1. 7	1.9
伸度 (%)		4.2	43	5 2	5.4	5 2	46	09	8 9	6.4	6.1
難然性	燃焼性	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	風ドリップ年	0	0	0	0	0	0	∇	∇	٥	×
光次		◁	۵	0	0	0	0	0	0	0	0
触感(ベタツキ感)	联)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
くし通り		0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
アイロンセット	融着	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
(180°C)	縮れ/糸切れ	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	ロッドアウト	◁	◁	0	0	0	0	0	0	0	0
	セット性	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

[0103]

# 【表4】

					争格區					比林窟	
					がある					<b>2数型</b>	
		1 1	1.2	13	1.4	15	16	1.7	1	2	3
機度 (dtex)		5 2	53	5.0	4 8	5 1	5 0	5.2	4 8	5 2	4 9
強度 (cN∕dt	tex)	2.2	2.2	2. 0	2.4	2.8	2. 7	2.8	2. 2	1.8	2.5
伸度 (%)		46	4 8	5 2	4 6	4 0	4 1	44	6.8	5 5	46
難然性	燃焼性	0	0	0	0	0	0	0	٥	0	0
	耐ドリップ性	0	0	0	0	0	0	0	×	×	0
光次		0	0	0	0	0	0	0	×	٥	×
触感 (ベタツキ感)	g\$)	0	0	0	0	0	0	0	×	٥	٥
くし通り		0	0	0	0	0	0	0	×	۷	٥
アイロンセット	融端	0	0	0	0	0	0	0	×	×	0
(180°C)	縮れ/糸切れ	0	0	0	0	0	0	0	Δ	٥	0
	ロッドアウト	0	0	0	0	0	0	0	×	×	٥
	セット性	0	0	0	0	0	0	0	0	7	0

# 【0104】

# (比較例1)

水分量100ppm以下に乾燥したポリエチレンテレフタレート(BK-2180EFG-10、日本ユニペット(株)製)100重量部に対し、1、3-フェニレンビス(ジキシレニルホスフェート)10重量部、酸化チタン1重量部、着色用ポリエステルペレットPESM6100 BLACK(大日精化工業(株)製、カーボンブラック含有量30%)2重量部を添加してドライブレンドし、ノズル径0.5mmの丸断面ノズル孔を有す

る紡糸口金を用いて溶融ポリマーを吐出し、口金下25cmの位置に設置した水温30℃の水浴中で冷却し、100m/分の速度で巻き取って未延伸糸を得た。得られた未延伸糸を80℃の温水浴中で延伸を行い、4倍延伸糸とし、200℃に加熱したヒートロールを用いて、100m/分の速度で巻き取り、熱処理を行い、単繊維繊度が49dtexのポリエステル系繊維(マルチフィラメント)を得た。

### [0105]

#### (比較例2)

水分量100ppm以下に乾燥した難燃剤共重合ポリエステル(ハイムRH416、東洋紡績(株)製)100重量部着色用ポリエステルペレットPESM6100 BLACK(大日精化工業(株)製、カーボンブラック含有量30%)2重量部を添加し、比較例1と同様にし、単繊維繊度が47dtexのポリエステル系繊維(マルチフィラメント)を得た。

### [0106]

### (比較例3)

水分量100ppm以下に乾燥したポリエチレンテレフタレート(BK-2180EFG-10、日本ユニペット(株)製)100重量部に対し、トリス(トリブロモネオペンチル)ホスフェート(CR-900、大八化学工業(株)製)10重量部、着色用ポリエステルペレットPESM6100 BLACK(大日精化工業(株)製、カーボンブラック含有量30%)2重量部を添加し、比較例1と同様にし、単繊維繊度が48dtexのポリエステル系繊維(マルチフィラメント)を得た。

得られた繊維を用いて、強伸度、難燃性、光沢、触感、くし通り、カール保持力、アイロンセット性を評価した結果を表4に示す。

#### [0107]

表3および4に示したように、比較例に対し、実施例では、難燃性、光沢、触感、くし通り、アイロンセット性などに優れることが確認された。従って今回の相溶化剤、滑剤およびブリード防止剤を使用した人工毛髪用繊維は、従来の人工毛髪用繊維に比べ、ポリエステルの機械的特性、熱的特性を維持したまま、光沢、触感、セット性、くし通りが改善された人工毛髪として有効に用いることが可能となることを確認した。

(51) Int. Cl. 7 F I
//(C 0 8 L 67/02 C 0 8 L 67/02
C 0 8 L 101:04 C 0 8 L 67/02
C 0 8 L 101:00 ) C 0 8 L 101:04
C 0 8 L 101:00

テーマコード (参考)

THIS PAGE BLANK (USPTO)